

### บทที่ 3

#### อุปกรณ์ และวิธีทดลอง

การศึกษาการกราฟต์โคโพลิเมอร์ของยางธรรมชาติ ในคาร์บอนไดออกไซด์ที่สถานะเหนือวิกฤต ในงานวิจัยนี้ เป็นการศึกษาปริมาณการกราฟต์โคโพลิเมอร์ด้วยเมทิลเมทาคริเลตในสถานะต่างๆ หลังจากนั้นจะนำเอายางธรรมชาติที่ผ่านการกราฟต์โคโพลิเมอร์แล้ว ไปทำการวิเคราะห์หาปริมาณการกราฟต์โคโพลิเมอร์, ศึกษาสมบัติทางฟิสิกส์บางประการของยางทั้งก่อนและหลังการกราฟต์โคโพลิเมอร์ และศึกษาสมบัติทางฟิสิกส์ของยางเอ็มจีในรูปกาว

#### อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

เครื่องมือในการกราฟต์โคโพลิเมอร์ของยางธรรมชาติ ด้วยเมทิลเมทาคริเลตในคาร์บอนไดออกไซด์สถานะเหนือวิกฤต

เครื่องมือการกราฟต์โคโพลิเมอร์ยางธรรมชาติ ด้วยเมทิลเมทาคริเลต ในคาร์บอนไดออกไซด์สถานะเหนือวิกฤต มีลักษณะดังรูปที่ 3.1 และ 3.2 ประกอบด้วย ท่อก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ ดังพักคาร์บอนไดออกไซด์เหลว เครื่องสูบลมดันสูง เครื่องปฏิกรณ์เคมี หน่วยควบคุมอุณหภูมิ และหน่วยวัดปริมาณก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์

ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ที่ออกจากท่อผ่านตัวควบคุมความดันและให้ความร้อน แล้วผ่านเข้าท่อทองแดงขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.125 นิ้ว ความดันของก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ที่ออกจากท่อมีค่าสูงสุด 70 บาร์ ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ที่ผ่านท่อทองแดงแล้วจะผ่านเข้าเครื่องหล่อเย็นจนเป็นของเหลว (กรณีความดันต่ำ และสำหรับที่ความดันและอุณหภูมิสูง ส่วนนี้จะเปลี่ยนเป็นหน่วยให้ความร้อน) แล้วเข้าสู่ถังพักคาร์บอนไดออกไซด์เหลว จากนั้นจะใช้ปั๊มแรงดันสูงสูบเข้าสู่เครื่องปฏิกรณ์เคมี ให้ได้ตามความดันตามต้องการ ทิ้งไว้ให้เกิดการกราฟต์โคโพลิเมอร์ตามเวลาและอุณหภูมิที่กำหนด แล้วจึงปล่อยคาร์บอนไดออกไซด์ออกมาจากเครื่องปฏิกรณ์เคมี จนความดันภายในเครื่องปฏิกรณ์เท่ากับบรรยากาศ วัดปริมาณคาร์บอนไดออกไซด์ที่ผ่านยางปล่อยออกมาเป็นเวลา 90 นาที แล้วจึงเปิดเครื่องปฏิกรณ์เอาตัวอย่างยางออกไปวิเคราะห์ต่อไป

### เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง มีลักษณะดังนี้

1 หน่วยทำความเย็น (cooling unit) ประกอบด้วย เครื่องทำความเย็นและมีท่อทองแดงที่มีก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ไหลผ่าน เพื่อให้เกิดการควบแน่นเป็นของเหลว

2 ถังพักคาร์บอนไดออกไซด์เหลว ทำจากเหล็กสแตนเลส ประกอบด้วยท่อ 2 ชั้น ท่อชั้นในเป็นที่เก็บพักของคาร์บอนไดออกไซด์ มีความจุ 0.8 ลิตร โดยก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์จะไหลจากท่อก๊าซผ่านท่อทองแดง สำหรับท่อชั้นนอกใช้สำหรับให้น้ำหล่อเย็น เพื่อให้คาร์บอนไดออกไซด์อยู่ในสภาพที่เป็นของเหลว กรณีทดลองที่ความดันต่ำๆ โดยมีช่องเสียบเทอร์โมมิเตอร์เพื่อวัดอุณหภูมิภายในถังคาร์บอนไดออกไซด์เหลว ลักษณะดังรูป 3.3

3 เครื่องสูบลมแรงดันสูง (high pressure pump) มีความสามารถในการเพิ่มความดันได้สูงสุดประมาณ 200 บาร์ ใช้สูบลมคาร์บอนไดออกไซด์เหลวจากถังพักเข้าสู่เครื่องปฏิกรณ์เคมี เพื่อให้ได้ความดันตามที่ต้องการ เครื่องสูบลมแรงดันสูงมีลักษณะดังรูปที่ 3.4

4 เครื่องปฏิกรณ์เคมี (reactor) ทำจากเหล็กสแตนเลส มีความจุขนาด 0.275 ลิตร ประกอบด้วยท่อ 2 ชั้น ชั้นในใส่ตะแกรงเพื่อรองรับแผ่นยาง ท่อชั้นนอกสำหรับใส่น้ำหล่อร้อน-เย็น เพื่อควบคุมอุณหภูมิ โดยมีช่องเสียบเทอร์โมมิเตอร์เพื่อวัดอุณหภูมิ เครื่องปฏิกรณ์เคมีมีลักษณะดังรูปที่ 3.5

5 อุปกรณ์ควบคุมอุณหภูมิ (temperature control unit) ประกอบด้วยเครื่องทำความร้อนปั๊มน้ำ ขณะทำการทดลองที่อุณหภูมิสูง น้ำร้อนจะถูกสูบไปตามท่อขนาด 0.5 นิ้ว เข้าสู่ท่อชั้นกลางของเครื่องปฏิกรณ์เคมี

6 อุปกรณ์วัดปริมาตรก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ ใช้ กระจกบอทดวง ถังน้ำ และนาฬิกาจับเวลา อ่านปริมาตรก๊าซโดยวิธีการแทนที่น้ำในกระจกบอทดวง มีลักษณะดังรูปที่ 3.6

ศูนย์วิจัยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## สารเคมีและเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

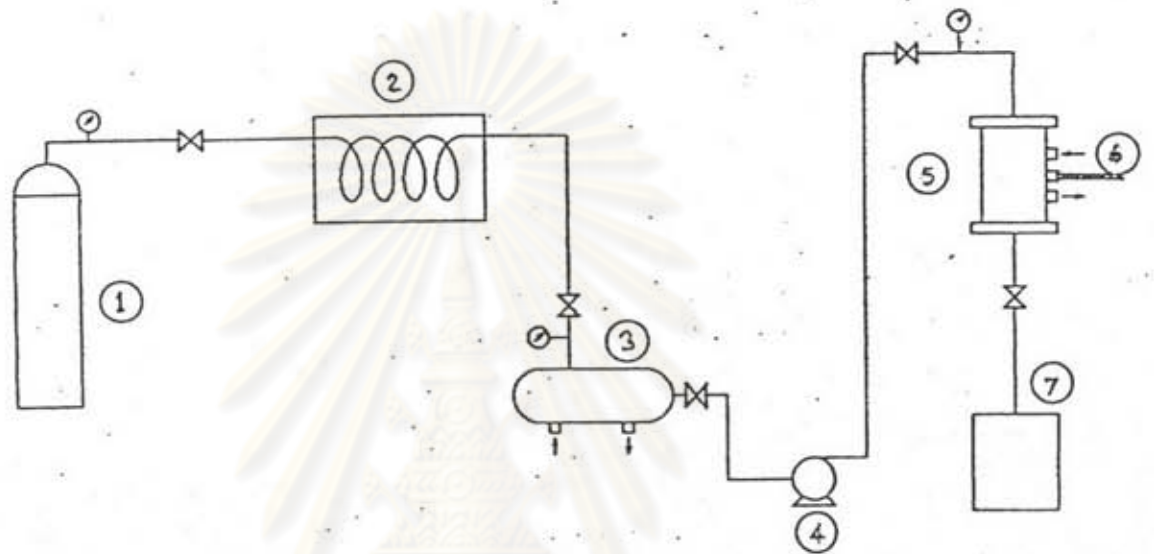
### สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง มีดังนี้

- 1 ยางแผ่นพันธุ์ RRIM 600
- 2 Methyl methacrylate (MMA) ของบริษัท ไบรเทนโพลีเทรคดิง จำกัด
- 3 tert-Buthyl hydroperoxide ของบริษัท Fluka
- 4 Tetraethylene pentamine ของบริษัท Fluka
- 5 Oleic acid ของบริษัท Codex
- 6 Benzene ของบริษัท Baker Analyzed
- 7 Acetone ของบริษัท Baker Analyzed
- 8 Methyl alcohol anhydrous ของบริษัท Mallinckrodt
- 9 Petroleum ether ของบริษัท Mallinckrodt
- 10 Toluene ของบริษัท Mallinckrodt
- 11 Methyl ethyl ketone ของบริษัท Carlo erba

### เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

- 1 เครื่องมือวัดความหนาแน่น ประกอบด้วยขวดวัดความหนาแน่นและเครื่องชั่ง
- 2 เครื่องทดสอบการดึงย่าง (Tensile tester) ของบริษัท Looyd instuments สถาบันวิจัย  
ยาง กรมวิชาการเกษตร
- 3 เครื่องมือทดสอบการลอก (Peel/Lap shear adhesive tester) ของบริษัท Looyd instuments  
สถาบันวิจัยยาง กรมวิชาการเกษตร
- 4 เครื่องมือวิเคราะห์อินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (IR spectrometer) ศูนย์เครื่องมือวิจัย  
วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย





- |                          |                                       |
|--------------------------|---------------------------------------|
| 1 ถังคาร์บอนไดออกไซด์    | 5 เครื่องปฏิกรณ์เคมี                  |
| 2 หน่วยทำความเย็น        | 6 หน่วยควบคุมอุณหภูมิ                 |
| 3 ถังพักคาร์บอนไดออกไซด์ | 7 หน่วยวัดปริมาตรก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ |
| 4 เครื่องสูบลมแรงดันสูง  |                                       |

รูปที่ 3.1 แสดงแผนผังการกราฟต์โคโพลีเมอร์ด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ที่สภาวะเหนือวิกฤต



รูปที่ 3.2 แสดงเครื่องมือการกราฟต์โคโพลิเมอร์ด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ที่สภาวะเหนือวิกฤต



รูปที่ 3.3 ถังพักคาร์บอนไดออกไซด์



รูปที่ 3.4 เครื่องสูบแรงดันสูง



รูปที่ 3.5 เครื่องปฏิกรณ์เคมี



รูปที่ 3.6 อุปกรณ์วัดปริมาตรก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์



รูปที่ 3.7 แสดงการตกตะกอนของยางที่ไม่เกิดการกราฟต์



รูปที่ 3.8 แสดงตะกอนที่กรองได้ของยางที่ไม่เกิดการกราฟต์ (1) และโพลีเมทิลเมทาคริเลตที่ได้หลังจากการกราฟต์ (2)



## การดำเนินการวิจัย

1 การศึกษาคุณสมบัติทางฟิสิกส์เบื้องต้นของยางแผ่น ได้แก่ ปริมาณสิ่งสกปรก, ปริมาณเถ้า, ปริมาณไนโตรเจน, ปริมาณสิ่งระเหย และสมบัติทางฟิสิกส์ ดังนี้

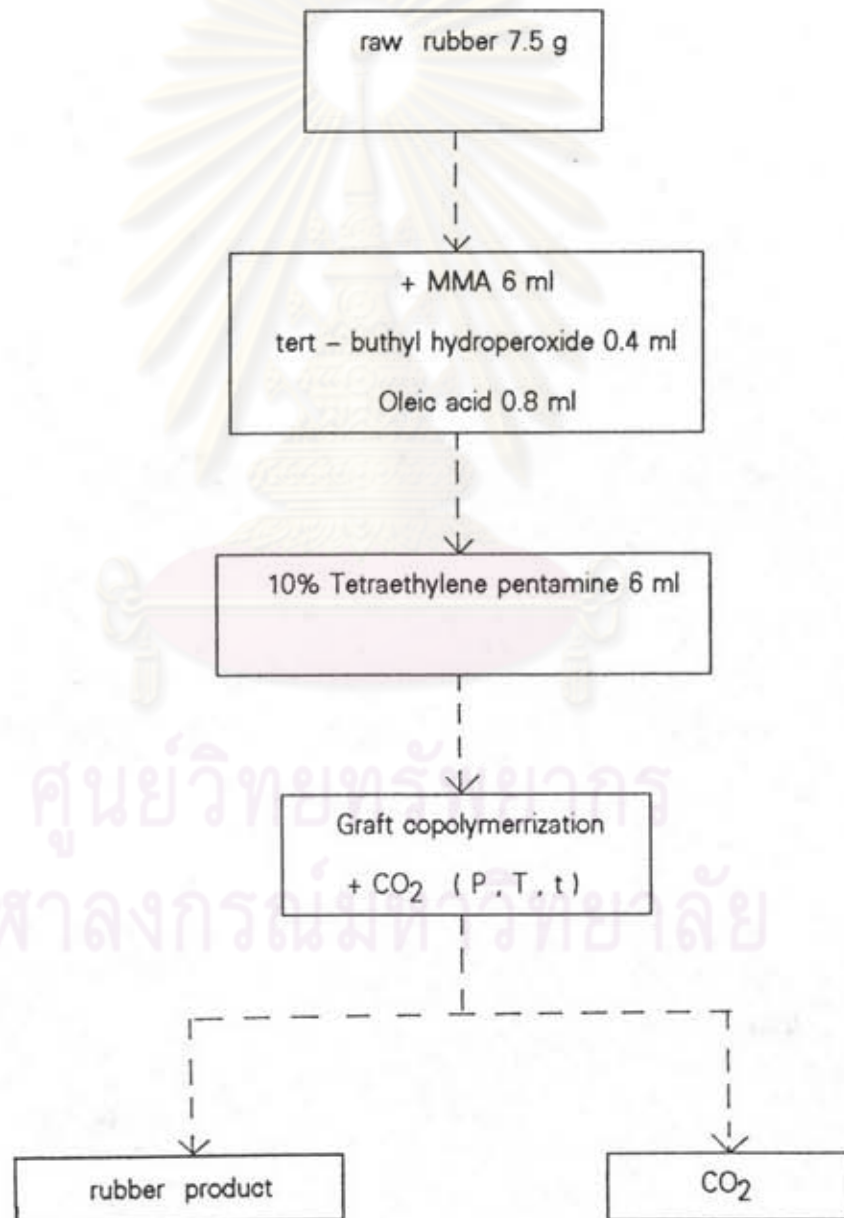
- ค่าความถ่วงจำเพาะ (Specific gravity)
- ค่าความแข็ง (Hardness)
- ความต้านแรงดึงขาด (Tensile strength)
- ความต้านแรงฉีกขาด (Tear)
- ความต้านทานต่อการฉีกขาด (Elongation at break)
- ค่าโมดูลัส (Modulus) ที่ 100 %, 300 % และ 500 %

2 การทดลอง กราฟต์โคโพลิเมอร์ของยางธรรมชาติ ในคาร์บอนไดออกไซด์สถานะเหนือวิกฤต

ซึ่งตัวอย่างยางแผ่น ประมาณ 7.5 กรัม นำสารละลายผสมระหว่างเมทิลเมทาคริเลต 6 ml กับ tert-Butyl hydroperoxide 0.4 ml และ Oleic acid 0.8 ml หยดสารละลายผสมให้ทั่วทั้งแผ่นยาง แล้วจึงหยดสารละลาย Tetraethylene pentamine (10%) 6 ml ให้ทั่วทั้งแผ่นเช่นกัน หลังจากนั้น นำตัวอย่างยางแผ่นใส่ลงในตะแกรงลวดรูปทรงกระบอก แล้วจึงนำตะแกรงที่มียางแผ่นอยู่ไปบรรจุใส่ใน เครื่องปฏิกรณ์เคมี ประกอบเครื่องมือในการทดลองให้สมบูรณ์ จากนั้น ปล่องก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์จากถัง เข้าสู่เครื่องหล่อเย็น เพื่อให้ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ควบแน่น เป็นของเหลว กรณีที่ความดันต่ำ (ต่ำกว่า 73.8 บาร์) แล้วให้ไหลไปเก็บในถังพักคาร์บอนไดออกไซด์เหลว (สำหรับกรณีที่ความดันสูงและอุณหภูมิสูง ส่วนนี้จะเปลี่ยนเป็นหน่วยให้ความร้อนแทน) หลังจากนั้นใช้เครื่องสูบลมแรงดันสูง สูบคาร์บอนไดออกไซด์จากถังพักเข้าสู่เครื่องปฏิกรณ์เคมี เพื่อให้ได้ความดันตามต้องการ และควบคุมอุณหภูมิให้ได้ตามกำหนด โดยใช้ระบบน้ำหล่อ ทั้งให้เกิดการกราฟต์โคโพลิเมอร์ตามเวลาที่กำหนด โดยการกราฟต์โคโพลิเมอร์กระทำที่ อุณหภูมิ ความดัน และช่วงเวลาในการกราฟต์ ที่ต่าง ๆ กัน จากนั้นจึงปล่อยก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ออกมา จนกระทั่งความดันภายในเครื่องปฏิกรณ์เท่ากับความดันบรรยากาศ แล้วทำการวัดปริมาตรก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ ที่ยางปล่อยออกมาในเวลา 90 นาที แล้วจึง เปิดเครื่องปฏิกรณ์เคมีนำตะแกรงที่บรรจุยางแผ่นออกมานำไปอบที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 18 ชั่วโมง นำไปชั่งน้ำหนัก บันทึกค่าไว้ ดังรูปที่ 3.9 จากนั้นนำยางแผ่นที่ผ่านการกราฟต์โคโพลิเมอร์แล้ว ไปทำการวิเคราะห์หาปริมาณการกราฟต์โคโพลิเมอร์ต่อไป

การกราฟต์โคโพลิเมอร์ในงานวิจัยนี้ ศึกษาผลของตัวแปร ดังต่อไปนี้

- 1 ความดันที่มีผลต่อการกราฟต์โคโพลิเมอร์ โดยศึกษาที่ความดัน 50 ,60 ,70 ,80 และ 90 บาร์ โดยศึกษาที่ 80 บาร์เป็นส่วนใหญ่
- 2 อุณหภูมิที่มีผลต่อการกราฟต์โคโพลิเมอร์ โดยศึกษาที่อุณหภูมิ 35 ,45 ,55 ,65 และ 75 องศาเซลเซียส
- 3 เวลาที่มีผลต่อการกราฟต์โคโพลิเมอร์ โดยศึกษาที่เวลา 15 ,30 ,60 และ 120 นาที



รูปที่ 3.9 แสดงขั้นตอนการทดลองการกราฟต์โคโพลิเมอร์

### 3 การวิเคราะห์หาปริมาณการกราฟต์โคโพลิเมอร์

ใช้วิธีการตกตะกอน ในการหาปริมาณการกราฟต์โคโพลิเมอร์ ดังต่อไปนี้  
การแยกยางที่ไม่เกิดการกราฟต์

ชั่งตัวอย่างยาง ที่ผ่านการกราฟต์โคโพลิเมอร์แล้วมา 1 กรัม ละลายใน Benzene 50 ml และ Petroleum ether 50 ml ทิ้งไว้ค้างคืน หลังจากนั้นนำไปแช่ในน้ำอุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที กวนอย่างสม่ำเสมอ ตั้งทิ้งไว้ ให้ส่วนที่ไม่ละลายตกตะกอนหรือเซนต์พิวส์ นำสารละลายที่ได้ใส่ในกรวยแยก แล้วเติมสารละลาย 20% Methanol ที่มี 0.01% calcium chloride อยู่ แล้วเขย่า ตั้งทิ้งไว้ ให้ตกตะกอน ส่วนที่ตกตะกอนคือยางที่ไม่ทำปฏิกิริยา กรองส่วนที่ตกตะกอน ด้วยกระดาษกรอง ส่วนชั้นที่เป็นสารละลายให้เติม 20% Methanol อีกแล้วเขย่า ตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน ทำซ้ำ จนไม่มีตะกอนเกิดขึ้น นำกระดาษกรองที่มีตะกอนไปอบที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง แล้วนำไปชั่ง จะได้น้ำหนักของยางที่ไม่ได้ทำปฏิกิริยา (a)

การแยกโพลิเมอร์ที่ไม่เกิดการกราฟต์

นำสารละลายที่เหลือ จากการแยกยางที่ไม่เกิดการกราฟต์ออกแล้ว มาเติม Benzene 50 ml และ Acetone 50 ml ตั้งทิ้งไว้ค้างคืน แล้วนำมาอุ่นที่ 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที กวนอย่างสม่ำเสมอ ตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนแล้ว เซนต์พิวส์ นำส่วนที่เป็นสารละลายใส่ลงในกรวยแยก แล้วเติมสารละลาย 20% Methanol ที่มี 0.01% calcium chloride อยู่ลงไป เขย่า ตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน ส่วนที่ตกตะกอน คือ โพลีเมทิลเมทาคริเลตที่ไม่เกิดการกราฟต์ กรองส่วนที่ตกตะกอน ด้วยกระดาษกรอง ทำซ้ำโดยเติม 20% Methanol อีกแล้วเขย่า ตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน ทำซ้ำ จนไม่มีตะกอนเกิดขึ้น นำตะกอนที่กรองได้บนกระดาษกรองไปอบที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง แล้วนำไปชั่งจะได้น้ำหนักของโพลีเมทิลเมทาคริเลตที่ไม่เกิดการกราฟต์ (b) สำหรับสารละลายที่เหลือจะหาน้ำหนักได้จากการคำนวณน้ำหนักที่เหลือ  $[(a+b+c)-(a+b)]$  ซึ่งเป็นส่วนของยางที่ทำปฏิกิริยากับเมทิลเมทาคริเลต (c) และนำไปวิเคราะห์หาลักษณะการกราฟต์โคโพลิเมอร์ของยาง ได้จากเครื่องอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Infrared spectrometer) ดังรูปที่ 4.3 สำหรับปริมาณการกราฟต์โคโพลิเมอร์สามารถหาได้จากสมการ ดังนี้



$$\%GE(\text{Grafting Efficiency}) = \frac{c}{a+b+c} \times 100$$

- a = น้ำหนักของยางที่ไม่เกิดการกราฟต์ ,กรัม  
 b = น้ำหนักของโพลีเมทิลเมทาคริเลตที่ได้หลังจากการกราฟต์ ,กรัม  
 c = น้ำหนักของปริมาณกราฟต์โคโพลิเมอร์ ,กรัม

#### 4 ศึกษาค่าสมบัติทางฟิสิกส์ของยางผลิตภัณฑ์

นำยางที่ผ่านการกราฟต์โคโพลิเมอร์แล้ว ที่ได้จากข้อ 2 ไปหาค่าคุณสมบัติทางฟิสิกส์เหมือนข้อ 1 เพื่อนำมาเปรียบเทียบกัน

#### 5 ศึกษาการทำกาว Adhesive MG และหาสมบัติทางฟิสิกส์ในรูปของกาวยาง

การทำกาว Adhesive MG ได้โดยเติมอัตราส่วนของสารต่างๆ ดังนี้

Heveaplus MG	5
Titanium dioxide	0.1
Methyl ethyl ketone + Toluene	to 100

นำกาว Adhesive MG ที่ได้ไปหาค่าคุณสมบัติบางประการ ( มอก.521,2527) ได้แก่

- เปอร์เซ็นต์เนื้อกาว
- ความหนาแน่น
- ความต้านแรงเฉือน

ศูนย์วิทยทรัพยากร  
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย